

PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA ESI TIMAH (II) TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS *S-METHYL-N (METHYLCARBAMOYLOXY) THIOACETIMIDATE* UNTUK MENENTUKAN KANDUNGAN TIMAH(II) DALAM MAKANAN KALENG

Roisatul Hasanah, Qonitah Fardiyah*, Atikah

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835

Email: fardiyah@ub.ac.id

Elektroda selektif ion (ESI) timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* sebagai ionofor dengan bahan pendukung polivinilklorida (PVC) sebagai matrik polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai zat pemlastis dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) telah dikembangkan. ESI timah(II) ini memiliki Faktor Nernst 29,49 mV/dekade konsentrasi, konsentrasi linier $10^{-3} - 10^{-8}$ M dan limit deteksi sebesar $8,79 \times 10^{-9}$ M atau setara dengan 0,002 ppm timah(II). Pengaruh pH terhadap kinerja ESI timah(II) dilakukan melalui pengukuran respon potensial larutan timah(II) menggunakan buffer asetat pada pH 3-8. Koefisien selektivitas (K_{ij}) ditentukan menggunakan metode larutan tercampur dengan ion asing Pb^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} pada konsentrasi ion asing 10^{-5} M. Dari hasil penelitian diketahui bahwa ESI timah(II) berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* dapat digunakan secara optimal pada pH 4. ESI timah(II) mempunyai selektivitas yang baik terhadap ion timah(II) dengan nilai $K_{ij} < 1$. Kinerja ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* tidak diganggu dengan adanya ion asing Pb^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} dengan urutan selektivitas $Sn^{2+} > Pb^{2+} > Zn^{2+} > Fe^{3+}$. ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* yang telah dibuat dapat digunakan untuk menentukan kandungan timah(II) dalam makanan kaleng dengan presisi 95,52% dan akurasi 93,8%. Dari uji statistik t dengan tingkat kepercayaan 95% menyatakan bahwa untuk metode potensiometri dan metode Spektrofotometri Serapan Atom tidak berbeda secara bermakna.

Kata Kunci : Faktor Nernst, Potensiometri, Selektivitas, Spektrofotometri.

ABSTRACT

Coated Wire Ion Selective Electrode (CW-ISE) tin(II) based on *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* has been developed previously. The electrode used Polyvinylchloride (PVC) as polymer matrix and dioctylphthalate as plasticizer dissolved in tetrahydrofuran (THF). This electrode has a good *Nernstian* slope of 29,49 mv/dekade concentration. The electrode shows a linier potential response for tin(II) in range concentration $10^{-3} - 10^{-8}$ M and detection limit $8,79 \times 10^{-9}$ M or equal with 0,002 ppm tin(II). The effect of pH to the performace of CW-ISE Tin(II) was determined by measuring potential respons of tin solution with asetate buffer at pH 3-8. The selectivity coefficient were determined by mix solution methods with 1×10^{-5} M for interfering ion concentration (Fe^{3+} , Zn^{2+} , Pb^{2+}). This research showed that the CW-ISE Tin(II) based on *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* could be used optimally at pH 4. The CW-ISE Tin(II) based on *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* has good selectivity for interffering ions (Fe^{3+} , Zn^{2+} , Pb^{2+}) with $K_{ij} < 1$. It showed no inteference to the performance of the CW-ISE Tin(II) based on *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate*. This electrode could be appllied to determined concentration tin in canned food with precision in 95,2% and accuracy 93,8%. Based on the t statitical test with 95% confidence limit shows that Potentiometric and Atomic Absorption Specthropotometry method had no significant difference.

Keyword : *Nernstian*, potentiometry, selectivity, spetrophotometry.

PENDAHULUAN

Dewasa ini, buah kaleng menjadi pilihan makanan yang diminati oleh masyarakat karena praktis, mudah diperoleh, tahan lama dan tidak mudah busuk. Kontaminasi logam timah

dalam sampel makanan kaleng diakibatkan karena larutnya lapisan timah pada bagian dalam kaleng kedalam produk [1]. Kontaminasi logam berat tersebut akan berbahaya bila masuk ke dalam metabolisme tubuh jika melebihi ambang batas yang diizinkan [2]. Ambang batas logam timah (Sn) dalam buah kaleng sebesar 250 ppm [3].

Pada penelitian sebelumnya telah dibuat ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide* yang telah dikarakterisasi. Namun ESI yang telah dibuat tidak dapat langsung diaplikasikan untuk pengukuran timah pada sampel. Optimasi pH dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap kinerja membran ESI. Jika harga Faktor *Nernst* yang dihasilkan pada pengukuran dengan pH tertentu berbeda jauh dengan harga Faktor *Nernst* teoritis maka pengukuran tidak boleh dilakukan pada pH tersebut. Selain pH, keberadaan ion asing juga mempengaruhi kinerja dari ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide*. Pada penelitian ini pengukuran selektivitas ESI dilakukan dengan metode larutan tercampur dengan ion asing Pb^{2+} , Zn^{2+} , dan Fe^{3+} . Besarnya pengaruh ion asing terhadap kinerja ESI dinyatakan dalam nilai K_{ij} . Jika nilai $K_{ij} < 1$ maka ESI tersebut dinyatakan lebih selektif terhadap ion utama dari pada ion asing. Semakin besar nilai K_{ij} maka pengaruh ion asing semakin besar [4].

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini dipelajari pengaruh pH dan ion asing terhadap kinerja ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide* sehingga dapat digunakan untuk menentukan kandungan sampel dalam makanan kaleng.

Metode Penelitian

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ p.a (EMerck), larutan CH_3COOH p.a (EMerck), CH_3COONa p.a (EMerck), HNO_3 50% b/v.p.a (EMerck), HNO_3 65% b/v p.a (EMerck), alkohol 96% (teknis) v/v , $FeCl_3$ p.a (EMerck), $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ dan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, akuades, aquabides dan sampel makanan kaleng, polivinilklorida (PVC) (sigma), dioktilftalat (DOP)(sigma). *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy)*. Sedangkan peralatan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah ESI timah (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy)* yang telah dikarakterisasi, elektrode pembanding Ag/AgCl, potensiometer (merek Shott Geratte), pH meter (merek Shott Geratte), neraca analitik , Spektrofotometer Serapan Atom tipe shimadzu,

kertas saring (Whatman 42), Oven, desikator, *hot plate*, *motor rotary*, botol sampel, dan peralatan gas, kawat Pt.

PROSEDUR

Penelitian ini dilakukan dengan cara mengukur beda potensial larutan SnCl_2 pada pH 3-8. Pengukuran selektivitas ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide* dilakukan dengan mencatat potensial larutan yang mengandung ion utama SnCl_2 tanpa ion asing dan pada larutan SnCl_2 yang mengandung ion Fe^{3+} , Zn^{2+} dan Pb^{2+} pada konsentrasi 10^{-5} M. Harga koefisien selektivitas dihitung dengan memasukkan nilai potensialnya yang terukur ke dalam persamaan rumus K_{ij} . Pengukuran kandungan timah dalam makanan kaleng dilakukan dengan mengambil sampel yang sudah dipreparasi, lalu ditambahkan buffer asetat hingga pH 4. Data yang diperoleh dibandingkan dengan menggunakan metode spektrofotometri Serapan Atom.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian menunjukkan bahwa pH berpengaruh terhadap Kinerja ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide*. Nilai Faktor Nernst teoritis untuk ion divalen adalah sebesar 29,6 mv/ dekade konsentrasi dengan batas minimal 24,6 mv/dekade konsentrasi dan batas maksimal 34,6 mv/dekade. Bila nilai Faktor Nernst berada di bawah atau di atas range nilai tersebut maka ESI tidak bersifat *nerstian*. Nilai Faktor Nernst optimum dari ESI Timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide* didapatkan pada pH 4 dengan nilai Faktor Nernst sebesar 29,40 mv/dekade konsentrasi mendekati nilai faktor nernst teoritis. Namun, pada pH antara 3-7 pengukuran masih dapat dilakukan tetapi tidak memberikan nilai optimum.

Penambahan ion asing Fe^{3+} , Zn^{2+} , dan Pb^{2+} pada konsentrasi 10^{-5} M tidak berpengaruh terhadap selektivitas ESI Timah(II). Hal ini dikarenakan nilai K_{ij} dari ketiga ion asing tersebut bernilai kurang dari 1 ($K_{ij} < 1$). Dalam hal ini potensial Donnan dikontrol oleh aktivitas ion Sn^{2+} , sehingga selektivitas ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimide* terhadap ion asing yang mobilitasnya kecil akan menurun. Urutan selektivitas ESI timah(II) terhadap ion asing berdasarkan harga K_{ij} yang didapatkan adalah $\text{Pb}^{2+} > \text{Zn}^{2+} > \text{Fe}^{3+}$.

Penentuan kadar timah(II) pada sampel makanan kaleng dapat dilakukan dengan metode potensiometri menggunakan ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimide*. Metode ini diharapkan dapat menjadi alternatif selain menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Berdasarkan penelitian diketahui presisi dan akurasi dari kedua metode yang berbeda. Metode Spektrofotometri Serapan Atom memiliki presisi dan akurasi yang lebih tinggi dibandingkan metode potensiometri. Berdasarkan uji statistik t dengan batas kepercayaan 95% diketahui kedua metode tidak berbeda secara makna yang artinya metode potensiometri menggunakan ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimide* dapat digunakan sebagai metode alternatif selain metode Spektrofotometri Serapan Atom.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimide* yang telah dibuat memiliki harga *nerstian* yang optimum pada pH 4. Selektivitas ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimide* tidak diganggu oleh ion asing Fe^{3+} , Zn^{2+} , dan Pb^{2+} . ESI timah(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimide* dapat diaplikasikan pada sampel makanan kaleng.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Vera, 2011, **Analisis Logam Timbal(Pb), Timah (Sn), dan Kadmium (Cd), dalam Buah Lengkeng Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom**, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok.
- 2 Dewi, Diana C., 2012, **Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering**, Alchemy, Vol. 2, No. 1, hal. 12-25.
- 3 Julianti, E. , Nurminah M, 2006, **Teknologi Pengemasan**, Departemen Teknologi Pertanian Fakultas Pertanian, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- 4 Umezawa Y *et al*, 2000, **Potentiometric Selectivity Coefficients of Ion- Selective Electrodes**, *Pure Applicatio Chemistry* 72: 1851-1856.